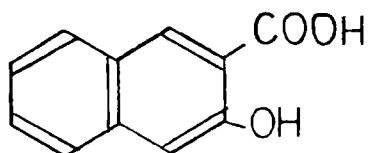


# β-ヒドロキシナフトエ酸の濃縮度試験成績報告書

1. 試験期間 昭和53年8月1日～昭和53年11月30日
  2. 試料名 β-ヒドロキシナフトエ酸(試料名E-102)
- 構造式

$$MW = 188.18$$



$$\text{モル吸光係数} = 5988.7 (\text{M} \cdot \text{cm})^{-1}$$

分子式  $\text{C}_{11}\text{H}_8\text{O}_3$

## 3. 試験方法及び条件

環境省第5号  
薬発第615号  
49基局第392号

魚介類の体内における化学物質の濃縮度試験による

### 3.1 試験装置及び機器

- (a) 水系環境調節装置 流水式
- (b) CBC組立て液体クロマトグラフ

### 3.2 試験条件

#### 3.2.1 T L m 試験

##### (a) 試験魚

ヒメダカ 平均体重 0.25 g、塩化第二水銀検定合格魚 \*

\* 田端健二 用水と廃水 14 1297 ~ 1303 (1972)

##### (b) 溶解法、分散剤及び分散法

分散剤

硬化ヒマシ油 (HCO-40)

分散法

試料1 gに分散剤10 gをアセトンに溶解し、ホットスター上でアセトンを留去し、約50℃のイオン交換水で1:1とし1000 ppm (W/V)の原液を調製した。

##### (c) 試験温度

25 ± 2℃

##### (d) 結果

48時間 T L m 値 127 ppm (W/V)

## 3.2.2 濃縮度試験

##### (a) 外部消毒及び順化

- (1) 外部消毒: 止水状態で10 ppm塩酸クロロテトラサイクリン溶液で24時間薬浴を行った。

- (2) 順化: 25℃ × 21日

##### (b) 試験水槽

ガラス製 容量 100 l

流水量 576 l/日

(原液: 希釈水 2 ml : 400 ml)

##### (c) 試験魚

コイ 平均体重約25 g

平均体長約10 cm

##### (d) 溶解法、分散法

3.2.1 (b)に同じ

(e) 試験温度

25 ± 2℃

(f) 試験水槽の溶存酸素

図-15, 16 参照

(g) 水槽濃度

設定理由：精度よく定量できる濃度は約 7 ppm（図-3 参照）

であり、水分析時の前処理操作において 100 倍濃縮が可能なこと及び回収率 90% から低濃度区の水槽濃度を設定した。

高濃度区については低濃度区の 10 倍とした。

$$\frac{7}{100 \times \frac{90}{100}} \div 0.1$$

設定値

（単位 ppm W/V）

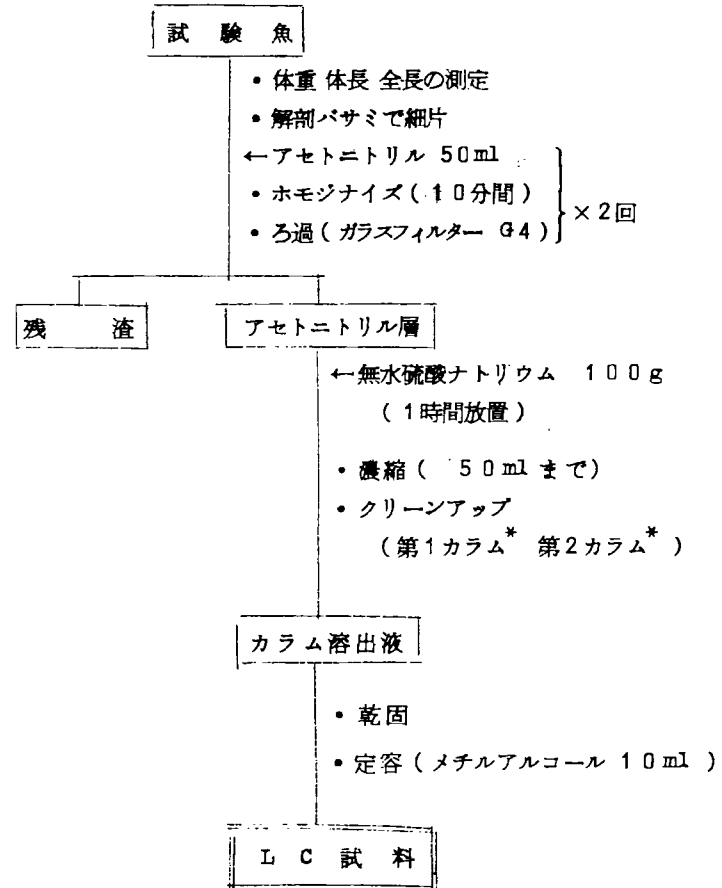
	供試化学物質	硬化ヒマシ油（HCO-40）
第 1 濃度区	1.0	1.0
第 2 濃度区	0.1	1.0

実測値 表-1 濃縮倍率を求めるための平均濃度（単位 ppm W/V）

	1W	2W	4W	6W
第 1 濃度区	0.846	0.829	0.822	0.829
第 2 濃度区	0.103	0.099	0.102	0.100

3.2.3 分析試料の前処理

(a) 魚体



以下次頁に続く

## クリーンアップ条件

### 第1カラム ※

φ 2 cm ガラス製カラム

充てん剤 5%含水シリカゲル 5 g

CH<sub>3</sub>CN洗浄 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 20g

上記をアセトニトリルで充てんし試料を負荷しアセトニトリル 100 mlで溶出。 溶出液を濃縮乾固しクロロホルム 5 ml程に溶かし次のカラムの試料とする。

### 第2カラム ※※

φ 2 cm ガラス製カラム

充てん剤 5%含水シリカゲル 10 g

CH<sub>3</sub>CN洗浄 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2g

上記をクロロホルムで充てんし試料を負荷する。

溶離条件は次の通り

1 f<sub>r</sub> クロロホルム 50 ml

2 f<sub>r</sub> 1.5%メチルアルコール/クロロホルム 30 ml

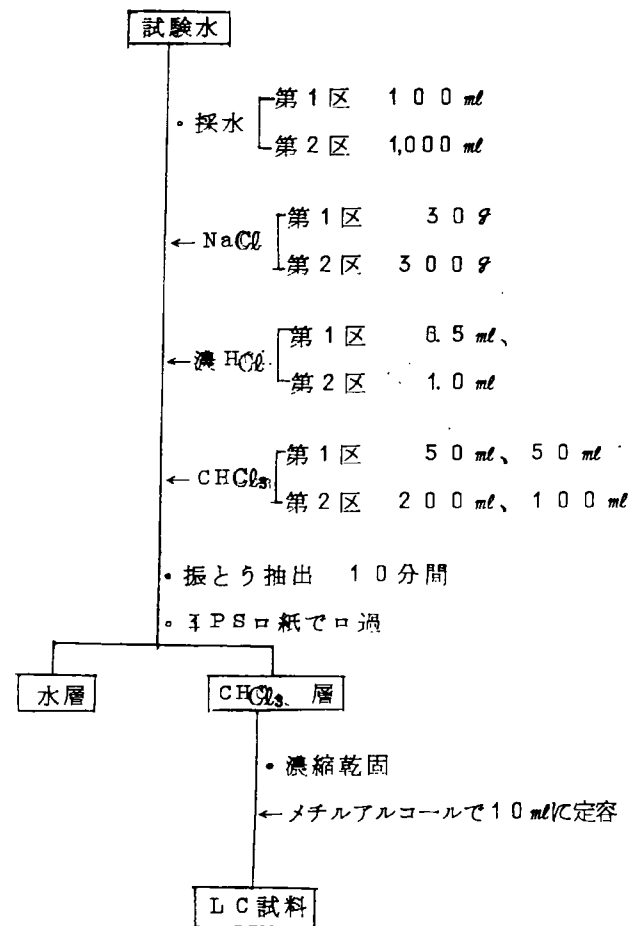
3 f<sub>r</sub> 1.5%メチルアルコール/クロロホルム 30 ml

4 f<sub>r</sub> 3%メチルアルコール/クロロホルム 60 ml

3, 4 フラクションを分取する。

以下次頁につづく

## (b)試験水



以下次頁につづく

### 3.2.4 分析条件

C B C 組立て液体クロマトグラフ

カラム  $\phi 4 \text{ mm} \times 0.5 \text{ m}$  ステンレス製

充填剤 日立ゲル  $\# 3010$

溶離液  $2 / 10000 \text{ N NaOH}$  含有メチルアルコール

流速  $1.0 \text{ ml/min}$

吸光波長  $290 \text{ nm}$

これは魚体中濃度で  $\frac{1}{\frac{75}{100} \times \frac{30}{10}} \approx 0.4 \text{ ppm}$  に相当する。

従って、ブランク補正後の魚体中濃度が  $0.4 \text{ ppm} \sim 3.1 \text{ ppm}$  の試料については濃縮倍率は参考値として ( ) で表示し  $0.4 \text{ ppm}$  未満の試料については

$$\text{第1濃度区} \frac{0.4}{0.8} = 0.5 \text{ 倍以下}$$

$$\text{第2濃度区} \frac{0.4}{0.1} = 4 \text{ 倍以下と表示した}$$

以 上

### 4. 試験結果

表一2 濃縮倍率 5.1 に補足説明

	1 W	2 W	4 W	6 W	付図	付表
第一濃度区	(1.1) (1.4)	0.5以下 0.5以下	0.5以下 0.5以下	0.5以下 0.5以下	1,3~5	3,4,6
第二濃度区	(6.0) (6.7)	4 以下 4 以下	4 以下 4 以下	4 以下 4 以下	2~4,6	3,5,6

( ) 参考値

試験結果の表示について

精度よく定量できる濃度は約  $7 \text{ ppm}$  (図一3 参照) である。

これは魚体重  $30 \text{ g}$ 、最終液量  $10 \text{ ml}$ 、回収率  $75\%$  とすると魚体中濃度で約

$$\frac{7}{\frac{75}{100} \times \frac{30}{10}} = 3.1 \text{ ppm} \text{ に相当する。}$$

なお  $S/N=2$  とした時の供試物質の検出限界は約  $1 \text{ ppm}$

(図一3 参照) ( $S/N=2$  はピーク高さで約  $7 \text{ mm}$ ) であり